

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 196 18 657 A 1

⑯ Int. Cl. 6:  
**C 09 D 5/46**

C 09 D 5/03  
C 09 D 163/00  
C 09 D 133/14  
// C09D 5/02.7/02,  
7/06,7/12,C08G  
59/42,B05D 7/16,  
C08F 20/26

⑯ Aktenzeichen: 196 18 657.9  
⑯ Anmeldetag: 9. 5. 96  
⑯ Offenlegungstag: 2. 1. 97

DE 196 18 657 A 1

⑯ Innere Priorität: ⑯ ⑯ ⑯

19.05.95 DE 195183924

⑯ Anmelder:

BASF Lacke + Farben AG, 48165 Münster, DE

⑯ Vertreter:

U. Fitzner und Kollegen, 40878 Ratingen

⑯ Erfinder:

Möller, Dietmar, Dr., 48317 Drensteinfurt, DE;  
Woltering, Joachim, Dr., 48145 Münster, DE

= PAT 95562

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Wäßrige Pulverlack-Dispersion

⑯ Die vorliegende Erfindung betrifft eine wäßrige Pulverlack-Dispersion bestehend aus einer festen, pulverförmigen Komponente A und einer wäßrigen Komponente B, wobei Komponente A ein Pulverlack ist enthaltend  
a) wenigstens ein epoxidhaltiges Bindemittel mit einem Gehalt von 30 bis 45%, vorzugsweise 30 bis 35% an glycidylhaltigen Monomeren ggf. mit einem Gehalt an vinylaromatischen Verbindungen, vorzugsweise Styrol,  
b) wenigstens ein Vernetzungsmittel, vorzugsweise geradkettige, aliphatische Dicarbonsäuren und/oder carboxyfunktionelle Polyester und  
c) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, pulverlacktypische Additive, wie Entgasungsmittel, Verlaufsmittel, UV-Absorber, Radikalfänger, Antioxidantien  
und  
Komponente B eine wäßrige Dispersion ist enthaltend  
a) wenigstens einen nicht-ionischen Verdicker und  
b) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, Entschäumungsmittel, Dispersionshilfsmittel, Netzmittel, vorzugsweise carboxyfunktionelle Dispergiermittel, Antioxidantien, UV-Absorber, Radikalfänger, Biozide, geringe Mengen Lösungsmittel und/oder Wasserrückhaltemittel.

Ferner ist Gegenstand der Anmeldung ein Verfahren zur Herstellung der Pulverlackdispersion sowie deren Anwendung für Automobilkarosserien.

DE 196 18 657 A 1

Die vorliegende Erfindung betrifft eine wäßrige Pulverlack-Dispersion, die sich insbesondere als Überzug für mit Wasserbasislack beschichtete Automobilkarosserien eignet.

Für die Beschichtung von Automobilkarosserien werden heute vorzugsweise Flüssiglacke verwendet. Diese verursachen zahlreiche Umweltprobleme aufgrund ihres Lösemittelgehaltes. Dies gilt auch für die Fälle des Einsatzes von Wasserlacken.

Aus diesem Grund sind in den letzten Jahren vermehrte Anstrengungen unternommen worden, für die Beschichtung Pulverlacke zu verwenden. Die Ergebnisse sind jedoch bisher nicht zufriedenstellend, insbesondere sind zur Erzielung eines gleichmäßigen Aussehens erhöhte Schichtdicken erforderlich. Auf der anderen Seite bedingt der Einsatz von pulvelförmigen Lacken eine andere Applikationstechnologie. Die für Flüssiglacke ausgelegten Anlagen können daher hierfür nicht verwendet werden. Daher ist man bestrebt Pulverlacke in Form wäßriger Dispersionen zu entwickeln, die sich mit Flüssiglacktechnologien verarbeiten lassen.

Aus der US-Patentschrift 4268542 ist beispielsweise ein Verfahren bekannt, bei dem eine Pulverlack-Slurry verwendet wird, die sich für die Beschichtung von Automobilen eignet. Hierbei wird zunächst eine herkömmliche Pulverschicht auf die Karosserie aufgetragen und als zweite Schicht die Klarlack-Slurry. Bei dieser Klarlack-Slurry auf Basis von Acrylatharzen werden ionische Verdicker verwendet. Ferner weisen diese in einem der Beispiele einen Gehalt von 0,5 bis 30% an glycidylhaltigen Monomeren auf. Zudem muß mit hohen Einbrenntemperaturen (über 160°C) gearbeitet werden.

Die vorliegende Erfindung hat sich nunmehr die Aufgabe gestellt, eine wäßrige Pulverlack-Dispersion zur Verfügung zu stellen, die sich mit der bisherigen Flüssiglacktechnologie auf Automobilkarosserien auftragen läßt und insbesondere bereits bei Temperaturen von 130°C einbrennbar ist.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die wäßrige Pulverlackdispersion herstellbar ist, indem eine wäßrige Dispersion eines Pulverlacks mit einer Glastemperatur von 20 bis 90°C, vorzugsweise 40 bis 70°C, einer Viskosität von 10 bis 1000 mPa·s, vorzugsweise 50 bis 300 mPa·s, bei einer Schergeschwindigkeit von 500 s<sup>-1</sup> und einem Festkörpergehalt von 10 bis 50%, vorzugsweise 20 bis 40%, einem Mahlprozeß unter Einhaltung einer Temperatur von 0 bis 60°C, vorzugsweise 5 bis 35°C, unterworfen wird. Der spezifische Energieantrag während des Mahlprozesses beträgt vorzugsweise 20 bis 500 Wh/kg, insbesondere 50 bis 250 Wh/kg.

Erfindungsgemäß kommt eine wäßrige Pulverlackdispersion zum Einsatz, die aus einer festen, pulvelförmigen Komponente A und einer wäßrigen Komponente B besteht, wobei

Komponente A. ein Pulverlack ist enthaltend

- a) wenigstens ein epoxidhaltiges Bindemittel mit einem Gehalt von 30 bis 45% vorzugsweise 30 bis 35% an glycidylhaltigen Monomeren ggf. mit einem Gehalt an vinylaromatischen Verbindungen, vorzugsweise Styrol,
- b) wenigstens ein Vernetzungsmittel, vorzugsweise geradkettige, aliphatische Dicarbonsäuren und/oder carboxyfunktionelle Polyester und
- c) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, pulverlacktypische Additive, wie Entgasungsmittel, Verlaufsmittel,

tel, UV-Absorber, Radikalfänger, Antioxidantien

und  
Komponente B. eine wäßrige Dispersion ist enthaltend

- a) wenigstens einen nicht-ionischen Verdicker und
- b) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, Entschäumungsmittel, Dispersionshilfsmittel, Netzmittel, vorzugsweise carboxyfunktionelle Dispergiermittel, Antioxydantien, UV-Absorber, Radikalfänger, geringe Mengen Lösemittel, Verlaufsmittel, Biozide und/oder Wasserrückhaltemittel.

Derart zusammengesetzte Dispersionen finden insbesondere für Pulverklarlacke Verwendung.

Als epoxidfunktionelles Bindemittel für den festen Pulverlack, der zur Herstellung der Dispersion verwendet wird, sind beispielsweise epoxidgruppenhaltige Polyacrylatharze geeignet, die durch Copolymerisation von mindestens einem ethylenisch ungesättigten Monomer, das mindestens eine Epoxidgruppe im Molekül enthält, mit mindestens einem weiteren ethylenisch ungesättigten Monomer, das keine Epoxidgruppe im Molekül enthält, herstellbar sind, wobei mindestens eines der Monomere ein Ester der Acrylsäure oder Methacrylsäure ist. Derartige epoxidgruppenhaltige Polyacrylatharze sind z. B. bekannt aus EP-A-299 420, DE-B-22 14 650, DE-B-27 49 576, US-A-4,091,048 und US-A-3,781,379.

Als Beispiele für ethylenisch ungesättigte Monomere, die keine Epoxidgruppe im Molekül enthalten, werden Alkylester der Acryl- und Methacrylsäure, die 1 bis 20 Kohlenstoffatome im Alkylrest enthalten, insbesondere Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, Ethylmethacrylat, Butylacrylat, Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylacrylat und 2-Ethylhexylmethacrylat genannt. Weitere Beispiele für ethylenisch ungesättigte Monomere, die keine Epoxidgruppen im Molekül enthalten sind, Säureamide, wie z. B. Acrylsäure- und Methacrylsäureamid, vinylaromatische Verbindungen, wie Styrol, Methylstyrol und Vinyltoluol, Nitrile, wie Acrylnitril und Methacrylnitril, Vinyl- und Vinylidenhalogenide, wie Vinylchlorid und Vinylidenfluorid, Vinylester, wie z. B. Vinylacetat und hydroxylgruppenhaltige Monomere, wie z. B. Hydroxyethylacrylat und Hydroxyethylmethacrylat.

Das epoxidgruppenhaltige Polyacrylatharz weist üblicherweise ein Epoxidäquivalentgewicht von 400 bis 2500, vorzugsweise 420 bis 700, ein zahlenmittleres Molekulargewicht (gelpermeationschromatographisch unter Verwendung eines Polystyrolstandards bestimmt) von 2.000 bis 20.000, vorzugsweise von 3.000 bis 10.000, und eine Glasübergangstemperatur (T<sub>G</sub>) von 30 bis 80, vorzugsweise von 40 bis 70, besonders bevorzugt von 40 bis 60°C auf (gemessen mit Hilfe der Differential Scanning Calorimetrie (DSC)). Ganz besonders bevorzugt werden ca. 50°C. Zum Einsatz können auch Gemische aus zwei oder mehr Acrylatharzen kommen.

Das epoxidgruppenhaltige Polyacrylatharz kann nach allgemein gut bekannten Methoden durch Polymerisation hergestellt werden.

Als Vernetzer sind Carbonsäuren, insbesondere gesättigte, geradkettige, aliphatische Dicarbonsäuren mit 3 bis 20 C-Atomen im Molekül geeignet. Ganz besonders bevorzugt wird Decan-1,12-dicarbonsäure eingesetzt. Zur Modifizierung der Eigenschaften der fertigen Pulverklarlacke können ggf. noch andere Carboxylgruppen enthaltende Vernetzer eingesetzt werden. Als Beispiele hierfür seien gesättigte verzweigte oder unge-

sättigte geradkettige Di- und Polycarbonsäuren sowie Polymere mit Carboxylgruppen genannt.

Ferner sind auch Pulverlacke geeignet, die einen epoxifunktionellen Vernetzer und ein säurefunktionelles Bindemittel enthalten.

Als säurefunktionelles Bindemittel sind beispielsweise saure Polyacrylatharze geeignet, die durch Copolymerisation von mindestens einem ethylenisch ungesättigten Monomer, das mindestens eine Säuregruppe im Molekül enthält, mit mindestens einem weiteren ethylenisch ungesättigten Monomer, das keine Säuregruppe im Molekül enthält, herstellbar sind.

Das epoxidgruppenhaltige Bindemittel bzw. der epoxidgruppenhaltige Vernetzer und das Carboxyl- bzw. das Bindemittel werden üblicherweise in einer solchen Menge eingesetzt, daß pro Äquivalent Epoxidgruppen 0,5 bis 1,5, vorzugsweise 0,75 bis 1,25 Äquivalente Carboxylgruppen vorliegen. Die Menge an vorliegenden Carboxylgruppen kann durch Titration mit einer alkoholischen KOH-Lösung ermittelt werden.

Erfundungsgemäß enthält das Bindemittel vinylaromatische Verbindungen, insbesondere Styrol. Um die Gefahr der Rißbildung zu begrenzen, liegt der Gehalt jedoch nicht über 35 Gew.-%. Bevorzugt werden 10 bis 25 Gew.-%.

Die festen Pulverlacke enthalten ggf. einen oder mehrere geeignete Katalysatoren für die Epoxidharz-Aushärtung. Geeignete Katalysatoren sind Phosphoniumsalze organischer oder anorganischer Säuren, quarternäre Ammoniumverbindungen Amine, Imidazol und Imidazolderivate. Die Katalysatoren werden im allgemeinen in Anteilen von 0,001 Gew.-% bis etwa 2 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Epoxidharzes und des Vernetzungsmittels, eingesetzt.

Beispiele für geeignete Phosphonium-Katalysatoren sind Ethyltriphenylphosphoniumiodid, Ethyltriphenylphosphoniumchlorid, Ethyltriphenylphosphoniumthiocyanat, Ethyltriphenylphosphonium-Aacetat-Essigsäurekomplex, Tetrabutylphosphoniumiodid, Tetrabutylphosphoniumbromid und Tetrabutylphosphonium-Aacetat-Essigsäurekomplex. Diese sowie weitere geeignete Phosphonium Katalysatoren sind z. B. beschrieben in US-PS 3,477,990 und US-PS 3,341,580.

Geeignete Imidazol-Katalysatoren sind beispielsweise 2-Styrylimidazol, 1-Benzyl-2-methylimidazol, 2-Methylimidazol und 2-Butylimidazol. Diese sowie weitere Imidazol-Katalysatoren sind z. B. beschrieben in dem belgischen Patent Nr. 756,693.

Außerdem können die festen Pulverlacke ggf. noch Hilfsmittel und Additive enthalten. Beispiele hierfür sind Verlaufsmittel, Antioxidantien, UV-Absorber, Radikalfänger, Rieselhilfen und Entgasungsmittel, wie beispielsweise Benzoin.

Geeignet sind Verlaufsmittel auf der Basis von Polyacrylaten, Polysiloxanen bzw. Fluorverbindungen.

Einsetzbare Antioxidantien sind Reduktionsmittel wie Hydrazide und Phosphorverbindungen sowie Radikalfänger z. B. 2,6 Di-tert-Butylphenolderivate.

Verwendbare UV-Absorber sind bevorzugt Triazine und Benztriphenol.

Als Radikalfänger sind bevorzugt 2, 2, 6, 6 Tetramethylpiperindervivate einsetzbar.

Als weiteren Bestandteil enthält die wäßrige Komponente B der Pulverlackdispersion wenigstens einen nicht-ionischen Verdicker a). Bevorzugt werden nicht-ionische Assoziativ-Verdicker a) eingesetzt. Strukturmerkmale solcher Assoziativ-Verdicker a) sind:

aa) ein hydrophiles Gerüst, das eine ausreichende Wasserlöslichkeit sicherstellt und  
ab) hydrophobe Gruppen, die zu einer assoziativen Wechselwirkung im wäßrigen Medium fähig sind.

5 Als hydrophobe Gruppen werden beispielsweise langkettige Alkylreste, wie z. B. Dodecyl-, Hexadecyl- oder Octadecyl-Reste, oder Alkarylreste, wie z. B. Octylphenyl- oder Nonylphenyl-Reste eingesetzt.

10 Als hydrophile Gerüste werden vorzugsweise Polyacrylate, Celluloseether oder besonders bevorzugt Polyurethane eingesetzt, die die hydrophoben Gruppen als Polymerbausteine enthalten.

Ganz besonders bevorzugt sind als hydrophile Gerüste Polyurethane, die Polyetherketten als Bausteine enthalten, vorzugsweise aus Polyethylenoxid. Bei der Synthese solcher Polyetherpolyurethane dienen die Di- und oder Polyisocyanate, bevorzugt aliphatische Diisocyanate, besonders bevorzugt ggf. alkylsubstituiertes

20 1,6-Hexamethylen Diisocyanat, zur Verknüpfung der Hydroxylgruppen-terminierten Polyetherbausteine untereinander und zur Verknüpfung der Polyetherbausteine mit den hydrophoben Endgruppenbausteinen, die beispielsweise monofunktionelle Alkohole und/oder Amine mit den schon genannten langkettigen Alkylresten

25 oder Aralkylresten sein können.

Weiterhin kann die Komponente B Katalysatoren, Verlaufsmittel, Antioxidantien, UV-Absorber, Radikalfänger und Netzmittel enthalten. Im wesentlichen kommen hier die bereits für die Komponente A aufgezählten Stoffe in Betracht.

Ferner können der Komponente B Hilfsstoffe, Entschäumungsmittel, Dispersionshilfsmittel, Biozide, Lösungs- und Neutralisationsmittel zugesetzt sein.

35 Als Entschäumungsmittel kommen bevorzugt modifizierte Polysiloxane in Betracht.

Dispersionshilfsmittel sind z. B. bevorzugt Ammonium bzw. Metallsalze von Polycarboxylaten.

Verwendbare Neutralisationsmittel sind Amine, Ammoniak und Metallhydroxide.

40 Die Herstellung der festen Pulverlacke erfolgt nach bekannten Methoden (vgl. z. B. Produkt-Information der Firma BASF Lacke + Farben AG, "Pulverlacke", 1990) durch Homogenisieren und Dispergieren, beispielsweise mittels eines Extruders, Schneckenkneters u.ä. . Nach Herstellung der Pulverlacke werden diese durch Vermahlen und ggf. durch Sichten und Sieben für die Dispergierung vorbereitet.

Aus dem Pulver kann anschließend durch Naßvermahlung oder durch Einröhren von trocken vermahlem Pulverlack die wäßrige Pulverlacklackdispersion hergestellt werden. Besonders bevorzugt wird die Naßvermahlung.

55 Die vorliegende Erfindung betrifft demgemäß auch ein Verfahren zur Herstellung einer wäßrigen Pulverlackdispersion, bei dem diese Dispersion eines Pulverlacks mit einer Glastemperatur von 20 bis 90°C, vorzugsweise 40 bis 70°C einer Viskosität von 10 bis 1000 mPa·s, vorzugsweise 50 bis 300 mPa·s bei einer Schergeschwindigkeit von 500 s<sup>-1</sup> und einen Festkörpergehalt von 10 bis 50%, vorzugsweise 20 bis 40% hergestellt, diese Dispersion unter Einhaltung einer Temperatur von 0 bis 60°C, vorzugsweise 5 bis 35°C vermahlen, auf einen pH-Wert von 4,0 bis 7,0, vorzugsweise 5,5, bis 6,5 eingestellt und filtriert wird.

60 Vorzugsweise beträgt der spezifische Energieeintrag während des Mahlprozesses von 20 bis 500 Wh/kg.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung

wird das Verfahren zur Herstellung einer wäßrigen Pulverlackdispersion auf der Basis der beschriebenen Komponente A, die erfundungsgemäß in einer Komponente B dispergiert wird. Letztere besteht aus einer wäßrigen Dispersion wenigstens eines nicht-ionischen Verdickers und ggf. von Katalysatoren, Hilfsstoffen, Antischaummitteln, Antioxidantien, Netzmitteln, UV-Absorbern, Radikalfängern, Bioziden, Wasserrückhaltemitteln geringe Mengen Lösemitteln und/oder Dispergierhilfsmitteln, vorzugsweise carboxyfunktionelle Dispergierhilfsmitteln.

Erfundungsgemäß wird nach der Dispergierung der Komponente A in der Komponente B vermahlen.

Die erhaltene mittlere Korngröße liegt zwischen 1 und 25  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise unter 20  $\mu\text{m}$ . Besonders bevorzugt bei 3 bis 10  $\mu\text{m}$ .

Erfundungswesentlich ist, daß während des Mahlprozesses die Dispersion nur geringe Mengen Lösemittel enthält. Es ist daher u. U. erforderlich, die Mahlvorrichtung vor Beginn des Mahlprozesses von Lösemittelresten zu befreien.

Der Dispersion können vor oder nach der Naßvermahlung bzw. dem Eintragen des trockenen Pulverlackes in das Wasser 0 bis 5 Gew.% eines Entschäumergemisches, eines Ammonium und/oder Alkalialzes, eines carboxylfunktionellen oder nichtionischen Dispergierhilfsmittels, Netzmittels und/oder Verdickergemisches sowie der anderen Additive zugesetzt werden.

Vorzugsweise werden erfundungsgemäß Entschäumer, Dispergierhilfs-, Netz- und/oder Verdickungsmittel zunächst in Wasser dispergiert. Dann werden kleine Portionen des Pulverlackes eingerührt. Anschließend werden noch einmal Entschäumer, Dispergierhilfs-, Verdickungs- und Netzmittel eindispergiert. Abschließend werden nochmals in kleinen Portionen Pulverlacke eingerührt.

Die Einstellung des pH-Wertes erfolgt erfundungsgemäß vorzugsweise mit Ammoniak oder Aminen. Der pH-Wert kann hierbei zunächst ansteigen, daß eine stark basische Dispersion entsteht. Der pH-Wert fällt jedoch innerhalb mehrerer Stunden oder Tage wieder auf die oben angeführten Werte.

Die erfundungsgemäße Pulverlackdispersion lässt sich insbesondere in Form eines Klarlacks als Überzug von Basislacken, vorzugsweise in der Automobilindustrie, verwenden. Besonders geeignet ist eine solche Klarlackdispersion für Wasserbasislacke auf Basis eines Polyesters, Polyurethanharzes und eines Aminoplastharzes.

Die erfundungsgemäßen Pulverlackdispersionen lassen sich mit den aus der Flüssiglacktechnologie bekannten Methoden aufbringen. Insbesondere können sie mittels Spritzverfahren aufgebracht werden. Ebenso kommen elektrostatisch unterstützte Hochrotation oder pneumatische Applikation in Betracht.

Die auf die Basislackschicht aufgebrachten Pulverlackdispersionen werden regelmäßig vor dem Einbrennen abgelüftet. Dies geschieht zweckmäßigerweise zunächst bei Raumtemperatur und anschließend bei leicht erhöhter Temperatur. In der Regel beträgt die erhöhte Temperatur 40 bis 70°C, vorzugsweise 50 bis 65°C. Das Ablüften wird für 2 bis 10 Minuten, vorzugsweise 4 bis 8 Minuten bei Raumtemperatur durchgeführt. Bei erhöhter Temperatur wird nochmals während derselben Zeitspanne abgelüftet.

Das Einbrennen kann bereits bei Temperaturen von 130°C durchgeführt werden. Durchführbar ist das Einbrennen bei 130 bis 180°C, vorzugsweise 135 bis 155°C.

Mit dem erfundungsgemäßen Verfahren können

Schichtdicken von 30 bis 50, vorzugsweise 35 bis 45  $\mu\text{m}$  erreicht werden. Klarlacke mit vergleichbarer Qualität konnten bisher nach dem Stand der Technik unter Einsatz von Pulverklarlacken nur durch Auftrag von 5 Schichtdicken von 65 bis 80  $\mu\text{m}$  erreicht werden.

#### Beispiel für die Produktion eines Pulver-Surry

Das zur Produktion des Pulver-Slurry verwendete Equipment und die durchgeführte Verfahrensweise sind in den Abb. 1 und 2 schematisch dargestellt.

Der Produktionsprozeß läuft wie folgt ab:

#### 1. Einwaage der flüssigen Komponenten

VE-Wasser, Verdicker, Netzmittel, Dispergiermittel werden im Behälter B1 an einem Dissolver vorgelegt. Nach Zugabe des Pulvers zu den Flüssigkeiten wird der Ansatz 20 min dissolviert (Scheibenumfangsgeschwindigkeit 20 m/s)

#### 2. Vorspülen der Rührwerkskugelmühle

Vor Beginn der Naßvermahlung wird die Mühle mit einem Gemisch aus VE-Wasser und der im Produkt enthaltenen Additive solange gespült, bis die Maschine frei von anderen Lösemitteln ist.

#### 3. Naßvermahlung

Der unter 1. beschriebene Produktansatz wird mit Hilfe einer Rührwerkskugelmühle vermahlen. Dazu wird das Produkt mit einer Pumpe der Mühle zugeführt und solange im Kreis über die Mühle gefahren, bis die gewünschte Endqualität ( $x_{50} < 4 \mu$ ,  $x_{\max} < 10 \mu$ ) bei einer eingetragenen spezifischen Energie von ca. 60 Wh/kg erreicht wird. Die maximal erreichte Temperatur ist kleiner als 25°C.

#### 4. Komplettierung der Pulver-Slurry

Nach der Naßvermahlung wird die Pulver-Slurry komplettiert. Dazu werden noch weitere geringe Mengen an Additiven (Verdicker, Netzmittel, Amin) unter Röhren zugegeben.

#### 5. Filtration

Die Filtration erfolgt, wie es in Abb. 2 dargestellt ist. Die Pulver-Slurry wird mit Beutelfiltern (PONG 50) anfangs im Kreis filtriert. Anschließend erfolgt die Filtration in einer Passage über denselben Beutelfilter in einen sauberen Behälter. Danach erfolgt die Abfüllung der Slurry.

#### Patentansprüche

1. Wäßrige Pulverlackdispersion, dadurch gekennzeichnet, daß sie herstellbar ist, indem eine wäßrige Dispersion eines Pulverlacks mit einer Glastemperatur von 20 bis 90°C, vorzugsweise 40 bis 70°C einer Viskosität von 10 bis 1000 mPa · s vorzugsweise 50 bis 300 mPa · s bei einer Schergeschwindigkeit von  $500 \text{ s}^{-1}$  und einem Festkörpergehalt von 10 bis 50% vorzugsweise 20 bis 40% einem Mahlprozeß unter Einhaltung einer Temperatur von 0 bis 60°C vorzugsweise 5 bis 35°C unterworfen wird.

2. Wäßrige Pulverlackdispersion nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet daß der spezifische Energieintrag während des Mahlprozesses zwischen 20 und 500 Wh/kg vorzugsweise 50 bis 250 Wh/kg beträgt.

3. Wäßrige Pulverlackdispersion nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie nach Naßvermahlung und Komplettierung einer Nachdispersion unterzogen wird. 5

4. Wäßrige Pulverlackdispersion nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet daß sie eine Pulverklarlackdispersion ist. 10

5. Wäßrige Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus einer festen, pulverförmigen Komponente A und einer wäßrigen Komponente B besteht, wobei Komponente A ein Pulverlack ist enthaltend

a) wenigstens ein epoxidhaltiges Bindemittel mit einem Gehalt von 30 bis 45 Gew.%, vorzugsweise 30 bis 35 Gew.% an glycidylhaltigen Monomeren ggf. mit einem Gehalt an vinylaromatischen Verbindungen, vorzugsweise Styrol, 20

b) wenigstens ein Vernetzungsmittel, vorzugsweise geradkettige, aliphatische Dicarbonsäuren und/oder carboxyfunktionelle Polyester und 25

c) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, pulverklarlacktypische Additive wie Entgasungsmittel, Verlaufsmittel, UV-Absorber, Radikalfänger, Antioxidantien 30

und Komponente B eine wäßrige Dispersion ist enthaltend

a) wenigstens einen nicht-ionischen Verdicker und 35

b) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, Entschäumungsmittel, Netzmittel, Dispersionshilfsmittel, vorzugsweise carboxyfunktionelle Dispergiermittel, Antioxidantien, UV-Absorber, Radikalfänger, Biozide, geringe Mengen Lösemittel, Verlaufsmittel, Neutralisierungsmittel, vorzugsweise Amine und/oder Wasserrückhaltemittel. 40

6. Wäßrige Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß deren pH-Wert zwischen 4,0—7,0, vorzugsweise 5,5 und 6,5 liegt. 45

7. Wäßrige Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an vinylaromatischen Verbindungen im epoxidhaltigen Bindemittel höchstens 35, vorzugsweise 10—25 Gew.% beträgt bezogen auf Komponente Aa).

8. Wäßrige Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die epoxidfunktionellen Bindemittel epoxidgruppenhaltige Polyacrylatharze sind, wobei die eingesetzten epoxidfunktionellen Monomere, vorzugsweise Glycidylacrylat, Glycidylmethacrylat und Allylglycidylester sind. 55

9. Wäßrige Pulverklarlackdispersion nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente B als nicht-ionischen Verdicker a) mindestens einen nicht-ionischen Assoziativ-Verdicker enthält der als Strukturmerkmale:

aa) ein hydrophiles Gerüst und

ab) hydrophobe Gruppen, die zu einer assoziativen Wechselwirkung im wäßrigen Medium 60

65

fähig sind, enthält.

10. Wäßrige Pulverklarlackdispersion nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der nicht-ionische Assoziativ-Verdicker a) als hydrophiles Gerüst aa) Polyurethankedketen enthält.

11. Wäßrige Pulverklarlackdispersion nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der nicht-ionische Assoziativ-Verdicker a) als hydrophiles Gerüst aa) Polyurethankedketen mit Polyetherbausteinen enthält.

12. Wäßrige Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 5—11, dadurch gekennzeichnet, daß die Korngröße höchstens 20 µm, vorzugsweise 1 bis 10 µm ist.

13. Wäßrige Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 5 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Lösemittelgehalt von 0—10% beträgt.

14. Verfahren zur Herstellung der wäßrigen Pulverlackdispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine wäßrige Dispersion eines Pulverlacks mit einer Glastemperatur von 20 bis 90°C, vorzugsweise 40 bis 70°C einer Viskosität von 10 bis 1000 mPa·s, vorzugsweise 50 bis 300 mPa·s bei einer Schergeschwindigkeit von 500 s<sup>-1</sup> und einem Festkörpergehalt von 10 bis 50%, vorzugsweise 20 bis 40% hergestellt, diese Dispersion unter Einhaltung einer Temperatur von 0 bis 60°C, vorzugsweise 5 bis 35°C vermahlen, auf einen pH-Wert von 4,0 bis 7,0, vorzugsweise 5,5, bis 6,5 eingestellt und filtriert wird.

15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Dispersion aus einer festen, pulverförmigen Komponente A und einer wäßrigen Komponente B eine Dispersion hergestellt wird, wobei die Komponente A ein Pulverlack ist enthaltend

a) wenigstens ein epoxidhaltiges Bindemittel mit einem Gehalt von 30 bis 45 Gew.%, vorzugsweise 30 bis 35 Gew.% an glycidylhaltigen Monomeren ggf. mit einem Gehalt an vinylaromatischen Verbindungen, vorzugsweise Styrol, 40

b) wenigstens ein Vernetzungsmittel, vorzugsweise geradkettige, aliphatische Dicarbonsäuren und/oder carboxyfunktionelle Polyester und 45

c) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, pulverlacktypische Additive, wie Entgasungsmittel, Verlaufsmittel, UV-Absorber, Radikalfänger, Antioxidantien 50

und

die Komponente B. eine wäßrige Dispersion ist enthaltend

a) wenigstens einen nicht-ionischen Verdicker und

b) ggf. Katalysatoren, Hilfsstoffe, Entschäumungsmittel, Dispersionshilfsmittel, Netzmittel vorzugsweise carboxyfunktionelle Dispergiermittel, Antioxidantien, UV-Absorber, Verlaufshilfsmittel, Neutralisationsmittel, vorzugsweise Amine, Radikalfänger, geringe Mengen Lösemittel, Biozide und/oder Wasserrückhaltemittel. 55

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Mahlvorrichtung vor Beginn des Mahlprozesses von Lösemittelresten befreit wird.

17. Verwendung der wäßrigen Pulverlackdisper-

sion nach einem der Ansprüche 1 bis 13 zur Be-  
schichtung von lackierten und nicht lackierten Au-  
tomobilkarosserien aus Metallblech und/oder  
Kunststoff mittels elektrostatisch unterstützter  
Hochrotation oder pneumatischer Applikation. 5

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**- Leerseite -**

1  
Fig.

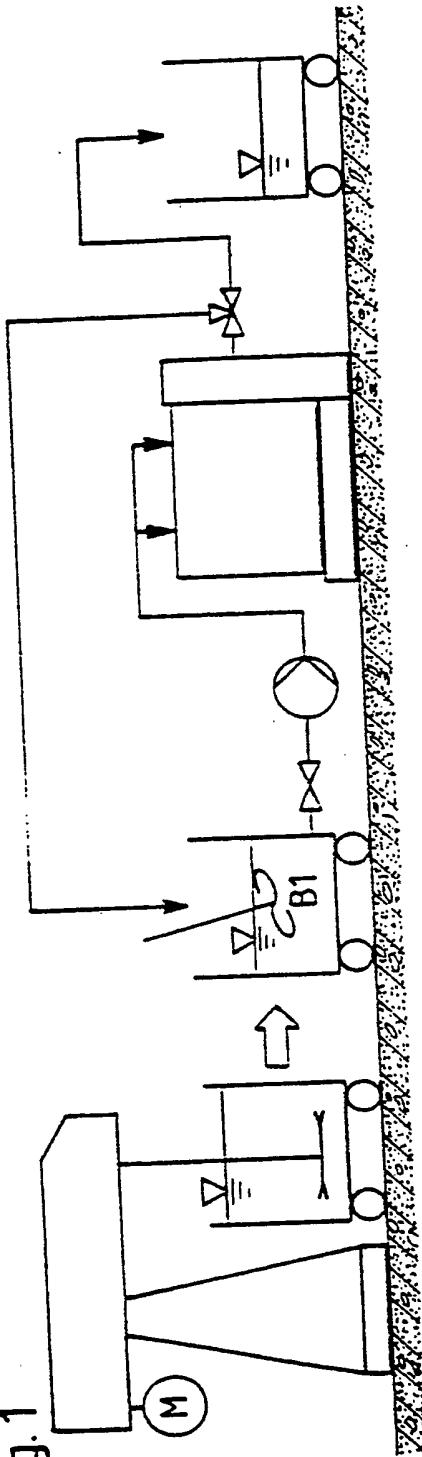


Fig. 2

